

PAT-NO: JP363020490A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 63020490 A

TITLE: METHOD FOR CLEANING FILM FORMING APPARATUS

PUBN-DATE: January 28, 1988

INVENTOR-INFORMATION:

NAME  
NAKADA, RENPEI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TOSHIBA CORP	N/A

APPL-NO: JP61165023

APPL-DATE: July 14, 1986

INT-CL (IPC): C23F004/00

US-CL-CURRENT: 134/2, 426/656 , 426/661

ABSTRACT:

PURPOSE: To simply and safely clean a film forming apparatus and to prevent the rate of operation of the apparatus from lowering by converting a high m.p. metal sticking to the inner wall of the deposition chamber in which a film is formed into oxide or halide, which is then sublimed by heating and removed from the chamber.

CONSTITUTION: A film of a high m.p. metal such as W, Mo, Ta or Ti is formed on a substrate by sputtering, chemical vapor growth under reduced pressure or other method in the deposition chamber of a film forming apparatus. Gaseous O<sub>2</sub> or halogen is then introduced into the chamber to convert the high m.p. metal sticking to the inner wall of the chamber into oxide or halide. The resulting oxide has about 700~800°C subliming point and the resulting halide has about 300~500°C subliming point. The oxide or halide can be simply sublimed and removed by heating to a temp. above the subliming point.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-20490

⑪ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)1月28日

C 23 F 4/00

E-6793-4K

A-6793-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 膜形成装置の清浄化方法

⑮ 特 願 昭61-165023

⑯ 出 願 昭61(1986)7月14日

⑰ 発 明 者 中 田 鍊 平 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株式会社東芝総合研究所内

⑱ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

⑲ 代 理 人 弁 理 士 鈴 江 武 彦 外2名

#### 明 細 書

#### 1. 発明の名称

膜形成装置の清浄化方法

#### 2. 特許請求の範囲

膜形成を行う堆積室内壁に付着した高融点金属を、酸化物又はハロゲン化合物に変換して、堆積室より昇華除去することを特徴とする膜形成装置の清浄化方法。

#### 3. 発明の詳細な説明

〔発明の目的〕

(産業上の利用分野)

本発明は、高融点金属膜形成を行う装置の堆積室内の清浄化方法に関する。

(従来の技術)

タングステン(W)、モリブデン(Mo)、タンタル(Ta)、チタン(Ti)等の高融点金属は、比抵抗が数〜数十 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ と多結晶シリコン膜に比べて1〜2桁低く、しかも550℃以上の高温工程に耐えられるため、各種半導体装置の電極および配線材料として注目されている。高融

点金属膜は、スパッタリング装置や減圧気相化学成長(LPCVD)装置等により形成される。これらの膜形成装置は一般に、基板材料を保持しその上に膜堆積を行うための堆積室と、この堆積室内に導入するガスの温度や組成を制御するガス制御系および堆積室内のガスを排出する排気系により構成されている。いずれの装置を用いても、膜形成を行うと堆積室内壁や基板材料を保持するポートなどにも高融点金属膜が付着する。膜形成を繰返し実施した場合、堆積室内壁およびポート上に堆積した高融点金属はもともと密着性が良くないので、昇温、降温の熱サイクルによるストレスにより剥がれ落ちる。剥がれ落ちた膜は、被処理基板上に被着して粒子状の欠陥を生じさせる。これは、高密度集積回路の微細回路形成にとって大きい障害となっている。従ってこのような膜のはがれが生じないように、堆積室は定期的な洗浄が必要である。

その様な堆積室の洗浄方法としては、装置を分解し、堆積室内をフッ酸と硝酸の混合液でエッチ

ングする方法、あるいは三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を用いたプラズマクリーニング法が知られている。しかし、前者の分解洗浄法は、装置の分解、組立て等に非常に時間がかかり、装置の稼働率低下を招く。後者のプラズマクリーニング法は、三フッ化窒素が非常に有毒であり、また高温では異物特に異なるガスと接触すると発火する可能性があり非常に危険である。

#### (発明が解決しようとする問題点)

以上のように従来の高融点金属膜形成装置の洗浄方法は、手間がかかるか、又は大きな危険を伴う、といった問題があった。

本発明はこの様な問題を解決した、高融点金属膜形成装置の堆積室の清浄化方法を提供することを目的とする。

#### [発明の構成]

##### (問題点を解決するための手段)

本発明は、高融点金属膜形成装置の堆積室内壁に堆積した高融点金属を、酸化物又はハロゲン化物の形にして昇華除去することを持徴とする。

する。

図は一実施例に用いた減圧気相成長装置の概略構成を示すものである。1は堆積室を構成する石英製反応管であり、この反応管1の外側にはヒータ2が配置されている。反応管1には、ガスボンベ3～5からそれぞれ所定のガスを供給するようになっている。10～12はバルブである。また反応管1は水冷トラップ6を介して真空ポンプ7に接続されて排気されるようになっている。膜形成に供される被処理基板8は、反応管1内に石英製ポート9に支持されて配置される。

このような装置を用いて、例えば、六フッ化タングステン( $\text{WF}_6$ )によるW膜の気相成長を行う場合について説明すると、まず被処理基板8を支持したポート9を反応管1内に設置した後、内部を300～600℃に加熱する。そして反応管1内を排気して減圧し、反応管1内に $\text{WF}_6$ ガスと $\text{H}_2$ ガスを導入することにより、被処理基板8上にW膜を成長させる。このとき反応管1の内壁およびポート9表面にも同時にW膜が成長する。同

#### (作用)

高融点金属は、200℃以上の酸化性雰囲気中で酸化され、酸化タングステン( $\text{WO}_3$ )、酸化モリブデン( $\text{MoO}_3$ )、酸化タンタル( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ )、酸化チタン( $\text{TiO}_2$ )などを生成する。また高融点金属はハロゲンガスと比較的低温で反応して(フッ素とは常温、塩素とは300℃以上)、塩化タングステン( $\text{WCl}_6$ )、塩化モリブデン( $\text{MoCl}_5$ )等のハロゲン化物を生成する。これら高融点金属の酸化物およびハロゲン化物は非常に昇華し易い。高融点金属酸化物の場合700～800℃、高融点金属ハロゲン化物の場合300～500℃に昇華点があるものが多い。従って堆積室内壁に堆積した高融点金属を、酸化雰囲気あるいはハロゲンガス雰囲気中で酸化物あるいはハロゲン化物とし、これをその昇華点以上の温度にすることにより簡単に昇華除去することができる。

#### (実施例)

以下、本発明の実施例を図面を参照して説明

様の操作を繰り返し行くと、反応管1の内壁およびポート9に堆積するW膜は膜厚が次第に大きくなる。このように堆積したW膜は、堆積温度や反応管内壁およびポートの表面状態により異なるが、0.2 $\mu\text{m}$ 以上になると非常に剥がれ易くなることが実験的に確認されている。

そこでこの実施例では、反応管1内壁およびポート9上のW膜が0.2 $\mu\text{m}$ になる前にクリーニングを行った。クリーニングの方法は次の通りである。被処理基板8を反応管1から取り出した後、ポート9のみを再び反応管1内に配置する。そして反応管1内を排気し減圧する。この後反応管1を800℃程度に加熱し、反応管1内に酸素ガスを導入する。これにより反応管1内壁およびポート9表面に堆積しているW膜は酸化物( $\text{WO}_3$ )となり、昇華して水冷トラップ6にトラップされる。

より具体的なデータを挙げれば、反応炉内温度を800℃、圧力1 torr、酸素分圧0.1 torrの条件で処理を行ない、約0.2 $\mu\text{m}$ の厚さに堆積

していたW膜を約2時間ではほぼ完全に除去することができた。

本発明は上記実施例に限られるものではない。実施例ではW膜の除去を説明したが、Ta、Mo、Tiなど他の高融点金属についても、実施例と同様の方法で同様に除去することができた。また酸化物でなくハロゲン化物の形に変換しても、同様に容易に昇華除去することができた。更に反応炉内温度、圧力、ガス分圧も上記実施例に限られるものではなく、これらは、高融点金属の種類、またこれを酸化物にするかハロゲン化物にするか等によって、適宜設定される。実施例では減圧気相成長装置の例を説明したが、スパッタリング装置等他の膜形成装置にも同様に本発明を適用することが可能であり、その構造、材質を問わない。

#### 〔発明の効果〕

以上述べたように本発明によれば、高融点金属膜形成装置の堆積室内壁に付着した高融点金属膜を、酸素ガス又はハロゲンガスの供給と加熱という極めて簡便な方法で除去することができる。本

発明の方法は、装置の分解、組立てを必要としないから、装置の稼働率低下をもたらすことなく、また取り扱いが危険なエッチングガスを用いることもないので、実用上の効果が大きい。

#### 4. 図面の簡単な説明

図は本発明の一実施例を説明するための気相成長装置である。

1…石英製反応管(堆積室)、2…ヒータ、3…ポンプ、4…水冷トラップ、5…真空ポンプ、6…液処理基板、7…石英製ポート、8…10…バルブ。

出願人代理人 弁理士 鈴江武彦

